
1/1 DWPI - ©Thomson Derwent

Accession Nbr :

1985-272821 [44]

Sec. Acc. CPI :

C1985-118193

Sec. Acc. Non-CPI :

N1985-203758

Title :

Electrophotographic photoreceptor - has layer contg. dihydro nicotinamide deriv.

Derwent Classes :

A89 E13 G08 P84 S06

Patent Assignee :

(CANO) CANON KK

Nbr of Patents :

1

Nbr of Countries :

1

Patent Number :

JP60184252 A 19850919 DW1985-44 18p *

AP: 1984JP-0038708 19840302

Priority Details :

1984JP-0038708 19840302

IPC s :

C07D-211/90 G03G-005/06 H01L-031/08

Abstract :

JP60184252 A

Photoreceptor has layer contg. dihydronicotinamide cpd. of formula (I) (where R1 is H, or subst. or unsubstd. alkyl or aralkyl; and R2 and R3 each is H, amino, or subst. or unsubstd. alkyl, aralkyl, alkenyl or aryl). Alkyl represented by R1 is e.g. methyl, ethyl, propyl, butyl etc. Aralkyl represented by R1 is e.g. benzyl. Alkyl represented by R2 or R3 is e.g. methyl, ethyl, propyl, butyl etc. Aralkyl represented by R2 or R3 is e.g. benzyl, pentyl, naphthylmethyl etc. Alkenyl represented by R2 or R3 is e.g. vinyl, allyl, propenyl etc. Aryl represented by R2 or R3 is e.g. phenyl, naphthyl etc.

Alkyl and alkenyl represented by R1, R2 or R3 may be subst. with methoxy, ethoxy, propoxy, butoxy, F, Cl, Br, or I. Aralkyl represented by R1 and aryl represented by R1, R2 or R3 may be subst. with methyl, ethyl, propyl, butyl, methoxy, ethoxy, propoxy, butoxy, F, Cl, Br, I or the like.

(I) is pref. employed as charge transporting material in electrophotographic photoreceptor. (I) is dissolved in suitable solvent together with binder (e.g. polycarbonate, polyester, etc.), and coated in thin layer. Pref. content of (I) in the layer (which functions as charge transporting layer) is 10-500 pts.wt. per 100 pts.wt. of binder. Pref. thickness of the layer is 8-20 microns.

ADVANTAGE - The photoreceptor has excellent photoreceptivity, reduced fluctuation of potential and high durability. In addn., it has excellent heat resistance, moisture resistance and discolouration resistance.

CPI: A12-L05D E07-D04 G06-F06
EPI: S06-A01A1

Update Basic :

1985-44

Search statement 2

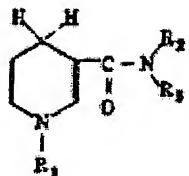
Query/Command : PRT MABS SET IMG

1/2 PLUSPAT - ©QUESTEL-ORBIT

PN - JP60184252 U 19851206 [JP60184252U]
AP - 1984JP-U072522 19840517
PR - 1984JP-U072522 19840517
IC - (U) H01J-029/62 H01J-029/74 H01J-031/26

2/2 PLUSPAT - ©QUESTEL-ORBIT - image

PN - JP60184252 A 19850919 [JP60184252]
TI - (A) ELECTROPHOTOGRAPHIC SENSITIVE BODY
PA - (A) CANON KK
PA0 - (A) CANON INC
IN - (A) KOBAYASHI TOYOKO; MIYAZAKI HAJIME
AP - 1984JP-0038708 19840302
PR - 1984JP-0038708 19840302
IC - (A) C07D-211/90 H01L-031/08
EC - G03G-005/06D2F2
AB - (JP60184252)
PURPOSE: To obtain an electrophotographic sensitive body superior in sensitivity, electrostatic charging characteristics, such as resistance to change of potential, durability, heat, humidity, and light fading resistances, etc., by using an electrophotographic sensitive body having a layer contg. a specified dihydronicotinamide compd.
CONSTITUTION: The photosensitive layer of a functionally separated electrophotographic sensitive body is composed of a charge generating layer and a charge transfer layer containing a dihydronicotinamide represented by the formula shown here in which R(sub 1) is H, optionally subst. alkyl or aralkyl; R(sub 2), R(sub 3) are each H, amino, or optionally subst. alkyl, aralkyl, alkenyl, or aryl. This charge transfer layer is formed by applying a soln. prepared by dissolving this compd. together with a binder, such as polyarylate or polysulfone resin, in a proper solvent, preferably, in an amt. of 10-500pts.wt. of this compd. per 100pts.wt. of the binder, and drying it.
COPYRIGHT: (C)1985,JPO&Japio
IMG - (C) JPO



式中R₁は、水素原子、又は置換されていてもよいアルキル基もしくはアラルキル基を示し、R₂及びR₃は、それぞれ水素原子、アミノ基、又は置換されていてもよいアルキル基、アラルキル基、アルケニル基もしくはアリール基を示す。

⑨ 日本国特許庁 (JP) ⑩ 特許出願公開
 ⑪ 公開特許公報 (A) 昭60-184252

⑫ Int. Cl. [*]	識別記号	厅内整理番号	⑬ 公開 昭和60年(1985)9月19日
G 03 G 5/06	102	7124-2H	
C 07 D 211/90		7138-4C	
H 01 L 31/08		7216-5F	審査請求 未請求 発明の数 1 (全18頁)

⑭ 発明の名称 電子写真感光体

⑮ 特 願 昭59-38708
 ⑯ 出 願 昭59(1984)3月2日

⑰ 発明者 小林 登代子 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
 ⑱ 発明者 宮崎 元 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内
 ⑲ 出願人 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
 ⑳ 代理人 弁理士 山下 積平

明細書

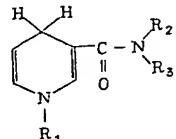
1. 発明の名称

電子写真感光体

2. 特許請求の範囲

下記の一般式で示されるジヒドロニコテンアミド化合物を含有する層を有することを特徴とする電子写真感光体。

一般式



ただし、式中 R₁ は、水素原子、又は置換されていてもよいアルキル基もしくはアラルキル基を示し、R₂ 及び R₃ は、それぞれ水素原子、アミノ基、又は置換されていてもよいアルキル基、アラルキル基、アルケニル基もしくはアリール基を示す。

3. 発明の詳細な説明

[技術分野]

本発明は、電子写真感光体に関し、詳しく述べて改善された電子写真特性を与える低分子の有機光導電体を有する電子写真感光体に関するものである。

[従来技術]

従来、電子写真感光体で用いる光導電材料として、セレン、硫化カドミウム、酸化亜鉛などの無機光導電性材料が知られている。これらの光導電性材料は、数多くの利点、例えば暗所で適当な電位に帯電できること、暗所で電荷の逸散が少ないことあるいは光照射によって速かに電荷を逸散できるなどの利点をもつてゐる反面、各種の欠点を有している。例えば、セレン系感光体では、湿度、温度、ごみ、圧力などの要因で容易に結晶化が進み、特に昇温温度が40℃を越えると結晶化が著しくなり、帶電性の低下や画像に白い斑点が発生するといった欠点がある。硫化カドミウム系感光体は、多湿の環境下で安定した感度が得られない点や酸化亜鉛系感光体ではローズベンガルに代表される増感色素による増感効果を必要としているが、この様な増感色素がコロナ帯電による帯電

劣化や昇光光による光褪色を生じるため長期に亘って安定した画像を与えることができない欠点を有している。

一方、ポリビニルカルバゾールをはじめとする各種の有機光導電性ポリマーが提案されて来たが、これらのポリマーは、前述の無機系光導電材料に較べ成膜性、耐湿性などの点で優れているにもかかわらず今日までその実用化が困難であったのは、未だ十分な成膜性が得られておらず、また感度、耐久性および環境変化による安定性の点で無機系光導電材料に較べ劣っているためであった。また、米国特許第4150987号公報などに開示のヒドロゲン化合物、米国特許第3837851号公報などに記載のトリアリールピラソリン化合物、特開昭51-94828号公報、特開昭51-94829号公報などに記載の9-ステリルアントラセン化合物などの低分子の有機光導電体が提案されている。この様な低分子の有機光導電体は、使用するハイブリッドを適切に選択することによって、有機光導電性ポリマーの分野で問題となっていた成膜性の欠

点を解消できる様になつたが、感度の点で十分なものとは言えない。

このようなことから、近年感光層を電荷発生層と電荷輸送層に機能分離させた層構造体が提案された。この層構造を感光層とした電子写真感光体は、可視光に対する感度、電荷保持力、表面強度などの点で改善できる様になつた。この様な電子写真感光体は、例えば米国特許第3837851号、同第3871882号公報などに開示されている。

しかし、従来の低分子の有機光導電体を電荷輸送層に用いた電子写真感光体では、未だに十分な感度が得られておらず、また繰り返し帶電および鋭光を行なった際には明部電位と暗部電位の変動が大きく改善すべき点がある。

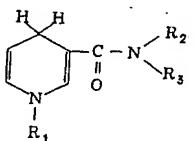
[発明の目的]

本発明の目的は前述の従来技術の欠点又は不利を解消し、感度、電位変動等の帶電特性に優れ、高耐久性を有すると共に、耐熱性、耐湿性および光褪色性などにすぐれた電子写真感光体を提供することにある。

本発明の別の目的は、新規な有機光導電体を提供することにある。

本発明のかかる目的は、下記一般式で示されるジヒドロニコチニアミド化合物を含有する層を有する電子写真感光体によって達成される。

一般式(I)：



ただし、式中 R₁ は水素原子、メチル、エチル、プロピル、ブチル等のアルキル基又はベンジル等のアラルキル基を示す。R₂，R₃ は水素原子、アミノ基、メチル、エチル、プロピル、ブチル等のアルキル基、ベンジル、フェネチル、ナフチルメチル等のアラルキル基、ビニル基、アリル基、プロペニル基等のアルケニル基、又はフェニル基、ナフテル基等のアリール基を表わす。

R₁，R₂ 及び R₃ で示されるアルキル基及びアル

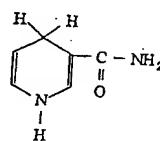
ケニル基は、メトキシ、エトキシ、プロポキシ、ブトキシ等のアルコキシ基、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素等のハロゲン原子で置換されても良く、また、R₁，R₂ 及び R₃ で示されるアラルキル基及びアリール基は、メチル、エチル、プロピル、ブチル等のアルキル基、メトキシ、エトキシ、プロポキシ、ブトキシ等のアルコキシ基、フッ素、塩素、臭素、ヨウ素等のハロゲン原子で置換されても良い。

[実施態様]

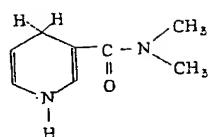
以下に一般式(I)で示す化合物についての代表例を挙げる。

化合物例

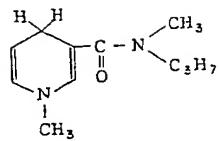
H - (I)



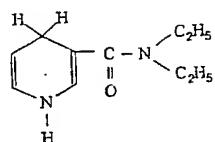
H - (2)



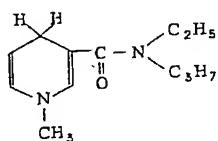
H - (5)



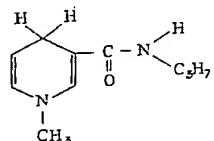
H - (3)



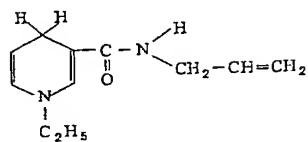
H - (6)



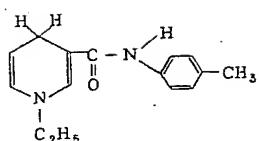
H - (4)



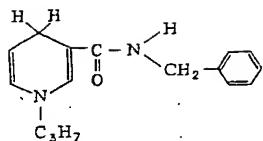
H - (7)



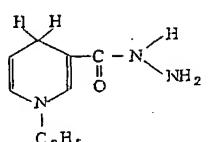
H - (8)



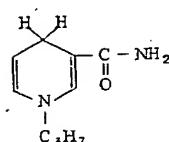
H - (10)



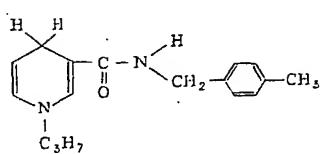
H - (9)



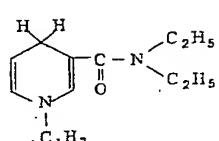
H - (12)



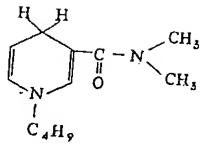
H - (14)



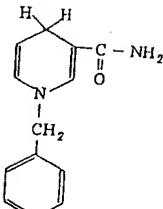
H - (13)



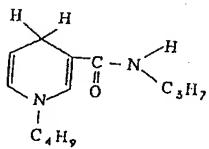
H - 04



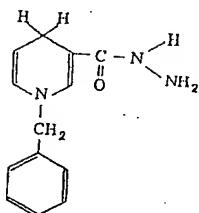
H - 07



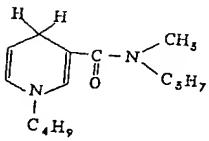
H - 09



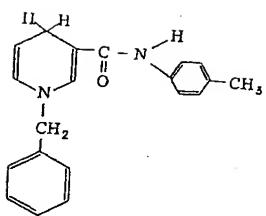
H - 08



H - 06



H - 05



次に、前記化合物の具体的合成例を示す。
H - 05 化合物の合成

ニコテンアミド 2.00 g をエタノール 100 cc に溶かし、室温でベンジルクロライド 20.4 g を徐々に滴下していくと、ニコテンアミド塩の結晶が析出する。この結晶をロ過、エタノール洗浄して乾燥してからイオン交換水 100 cc に溶解する。この浴液を氷で 0 ~ 5 °C 程度に冷却し Na₂S₂O₄ 3.2.5 g をイオン交換水 50 cc に溶かしたものをお椀しながら徐々に滴下していく。

さらに、ここに 10 % HCl 溶液 100 cc を加え塗酸酸性とする。この液を分液ロートを用いてエ

ーテル抽出し、エーテル浴液を濾絞乾固すると、ジヒドロ体の白色結晶が得られる。これをエタノールで再結晶し、ロ過乾燥して N-ベンジルジヒドロニコテンアミド 2.2.6 g を得る。収率 56 %。

元素分析 分子式 C₁₅H₁₄N₂O

計算値 %	分析値 %
C 72.90	72.81
H 6.54	6.80
N 13.08	12.97

一般式(I)のジヒドロニコテンアミドのこれ以外の化合物についても、この合成例に準拠したかたちで合成することができる。

本発明の好ましい具体例では、感光層を電荷発生層と電荷輸送層に機能分離した電子写真感光体の電荷輸送層に前記一般式(I)で示されるジヒドロニコテンアミド化合物を用いることができる。

本発明による電荷輸送層は、前記の一般式(I)で示されるジヒドロニコテンアミド化合物と粘着剤とを適当な溶剤に溶解せしめた浴液を塗布し、乾燥せしめることにより形成させることができ。また、

ここに用いる結着剤としては、例えばポリアリレート樹脂、ポリスルホン樹脂、ポリアミド樹脂、アクリル樹脂、アクリロニトリル樹脂、メタクリル樹脂、塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、アルキド樹脂、ポリカーボネート、ポリウレタンあるいはこれらの樹脂の繰り返し単位のうち2個以上を含む共重合体樹脂例えばステレン-ブタジエンコポリマー、ステレン-アクリロニトリルコポリマー、ステレン-マレイン酸コポリマーなどを挙げることができる。また、この様な絶縁性ポリマーの他に、ポリビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセンやポリビニルビレンなどの有機光導電性ポリマーも使用できる。

この結着剤とジヒドロニコテンアミド化合物との配合割合は、結着剤100重量部当たりジヒドロニコテンアミド化合物を10～500重量とすることが好ましい。

電荷輸送層は、下述の電荷発生層と電気的に接続されており、境界の存在下で電荷発生層から注

入された電荷キャリフを受け取るとともに、これらの電荷キャリフを表面まで輸送できる機能を有している。この際、この電荷輸送層は、電荷発生層の上に積層されてもよく、またその下に積層されてもよい。しかし、電荷輸送層は、電荷発生層の上に積層されていることが望ましい。この電荷輸送層は、電荷キャリフを輸送できる限界があるので、必要以上に膜厚を厚くすることができない。一般的には、5ミクロン～30ミクロンであるが、好ましい範囲は8ミクロン～20ミクロンである。

この様な電荷輸送層を形成する際に用いる有機溶剤は、使用する結着剤の種類によって異なり、又は電荷発生層や下述の下引層を溶解しないものから選択することが好ましい。具体的な有機溶剤としては、メタノール、エタノール、イソブロバノールなどのアルコール類、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサンなどのケトン類、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミドなどのアミド類、ジメチルスルホキシ

ドなどのスルホキシド類、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エチレングリコールモノメチルエーテルなどのエーテル類、酢酸メチル、酢酸エチルなどのエステル類、クロロホルム、塩化メチレン、ジクロルエチレン、四塩化炭素、トリクロロエチレンなどの脂肪族ハログン化炭化水素類あるいはベンゼン、トルエン、キシレン、リグロイン、モノクロルベンゼン、ジクロルベンゼンなどの芳香族類などを用いることができる。

塗工は、浸漬コーティング法、スプレーコーティング法、スピナーコーティング法、ピードコーティング法、マイヤーバーコーティング法、ブレードコーティング法、ローラーコーティング法、カーテンコーティング法などのコーティング法を用いて行なうことができる。乾燥は、室温における指触乾燥後、加熱乾燥する方法が好ましい。加熱乾燥は、30℃～200℃の温度で5分～2時間の範囲の時間で、静止または送風下で行なうことができる。

本発明の電荷輸送層には、種々の添加剤を含有

させることができる。かかる添加剤としては、ジフェニル、塩化ジフェニル、ローターフェニル、p-ターフェニル、ジブチルフタレート、ジメチルグリコールフタレート、ジオクチルフタレート、トリフェニル樹脂、メチルナフタリン、ベンゾフェノン、塩素化バラフィン、ジラウリルチオブロピオネート、3,5-ジニトロサリチル酸、各種フルオロカーボン類などを挙げることができる。

本発明で用いる電荷発生層は、セレン、セレン-テルル、ビリリウム、チオビリリウム系顔料、フタロシアニン系顔料、アントアントロン顔料、ジベンズビレンキノン顔料、ビラントロン顔料、トリスアゾ顔料、ジスアゾ顔料、アゾ顔料、インジゴ顔料、キナクリドン系顔料、非対称キノシアニン、キノシアニンあるいは特開昭54-143645号公報に記載のアモルファスシリコンなどの電荷発生物質から選ばれた別個の顔料層あるいは樹脂分散層を用いることができる。

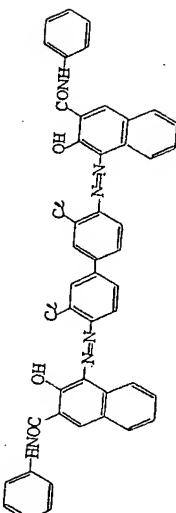
本発明の電子写真感光体に用いる電荷発生物質は、例えば下記に示す無機化合物あるいは有機化

合物を導くことができる。

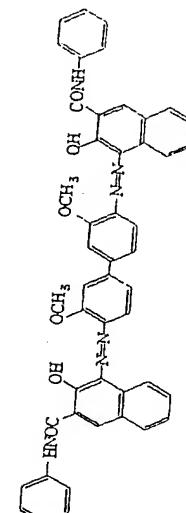
電荷異生物質

- (1) アセルファスシリコン
- (2) セレン-テルル
- (3) セレン-ヒ素
- (4) 硼化カドミウム

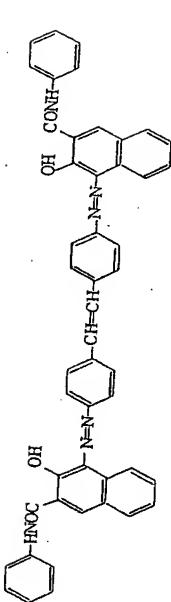
特開昭60-134252(6)



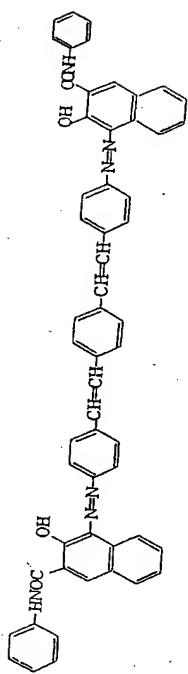
(5)



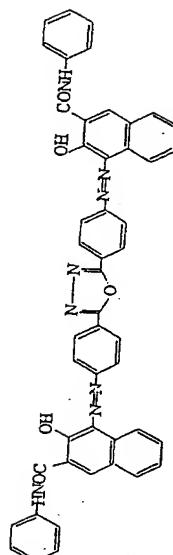
(6)



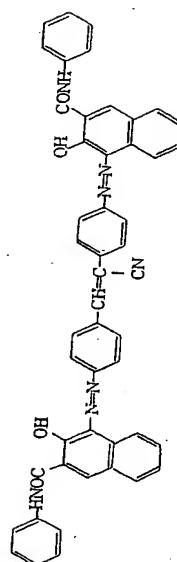
(7)



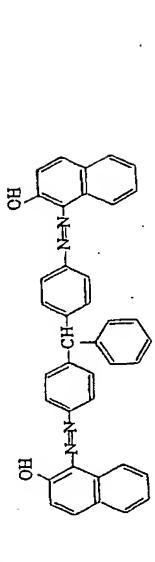
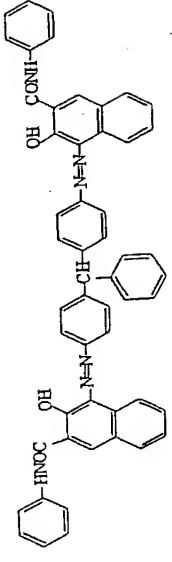
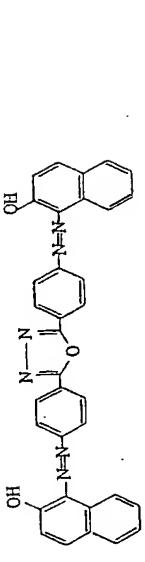
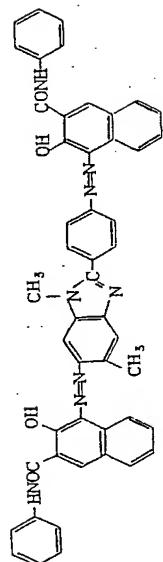
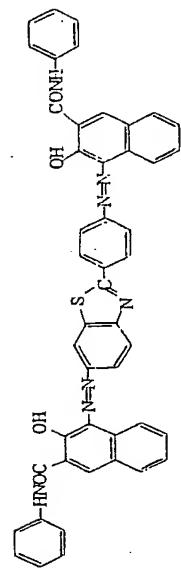
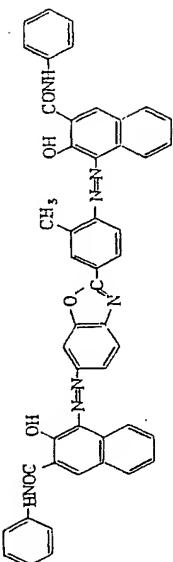
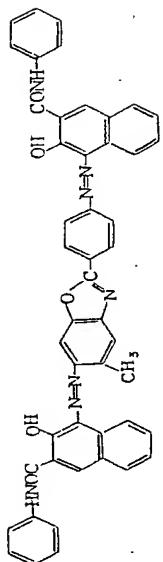
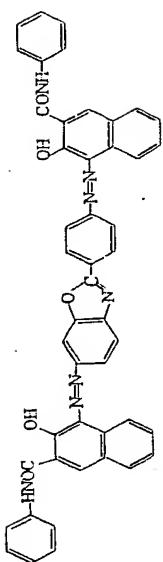
(8)

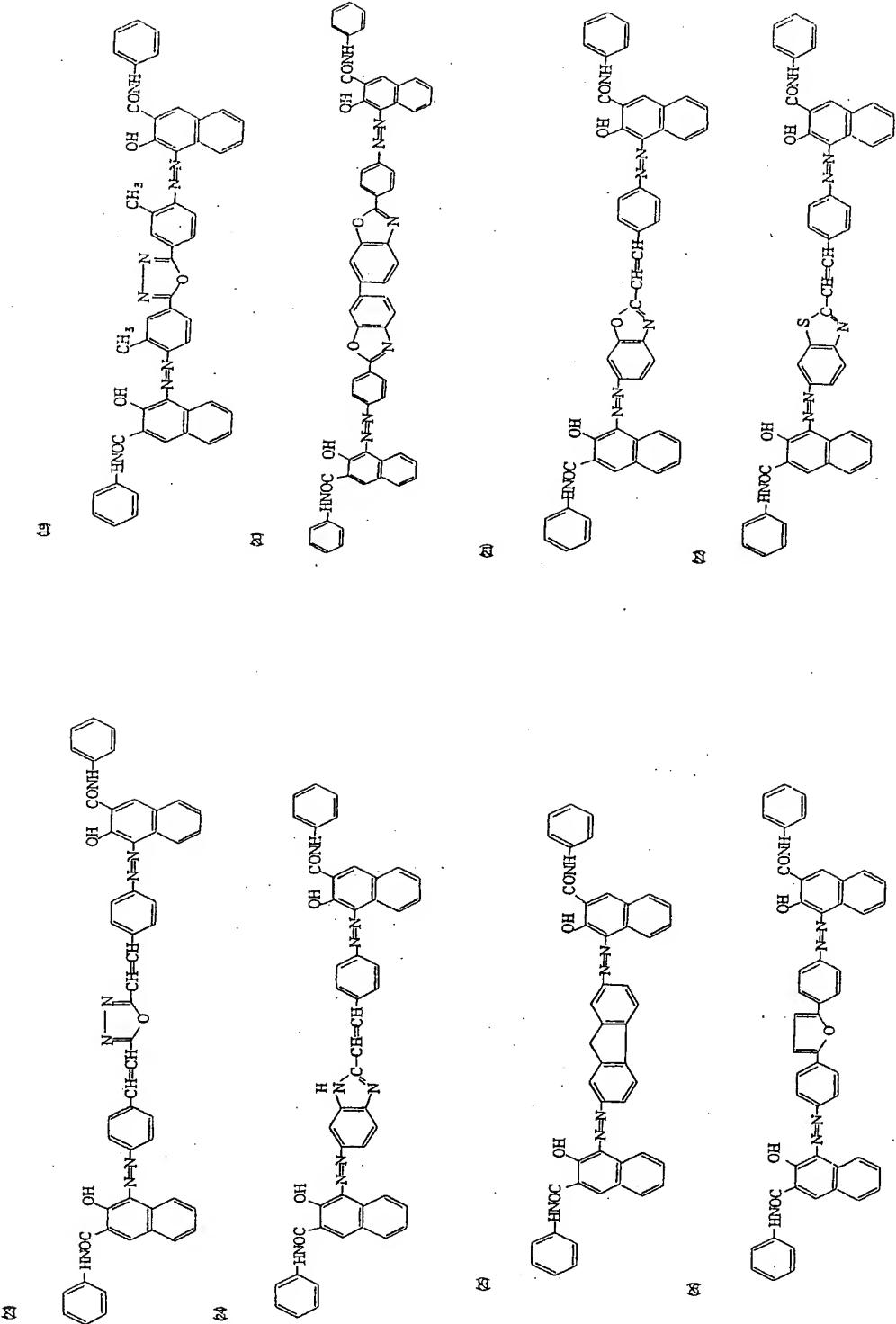


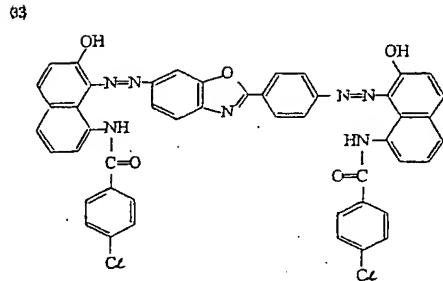
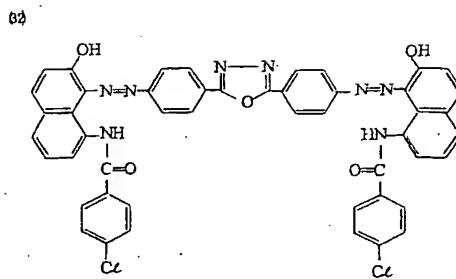
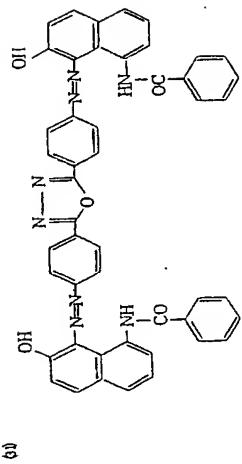
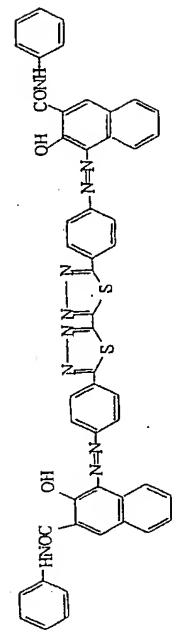
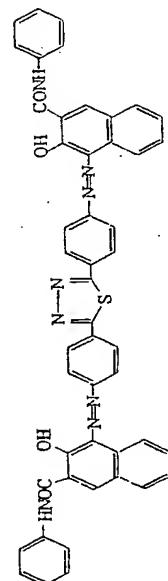
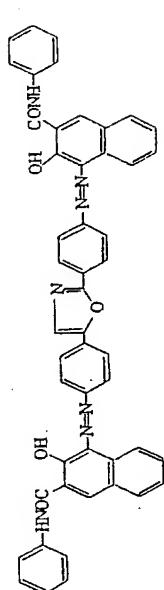
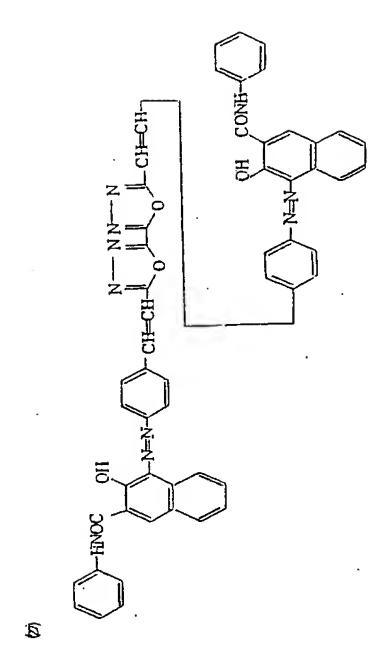
(9)



(10)

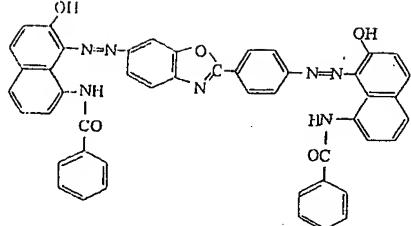




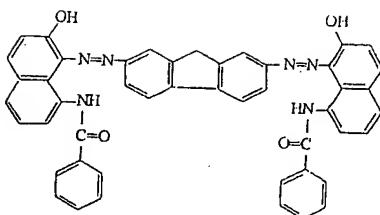


特開昭61-134252 (10)

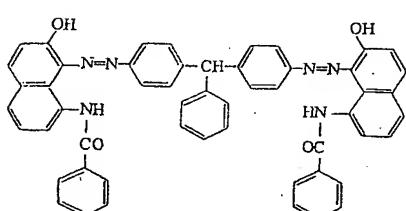
64



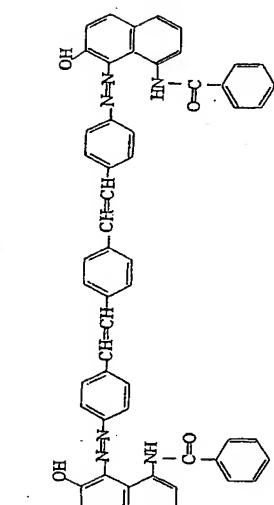
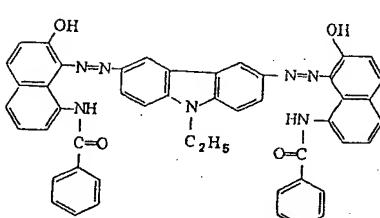
65



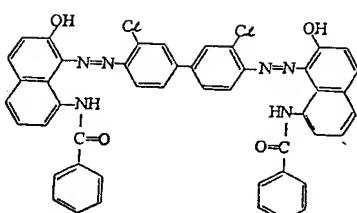
66



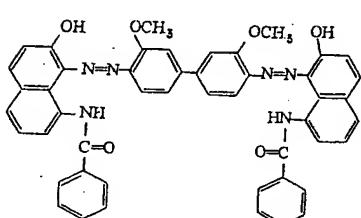
67

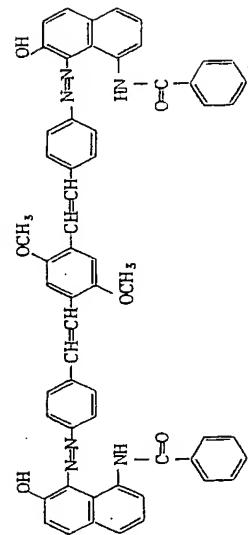


69

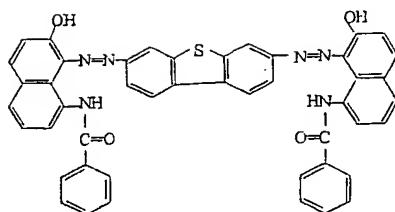


70

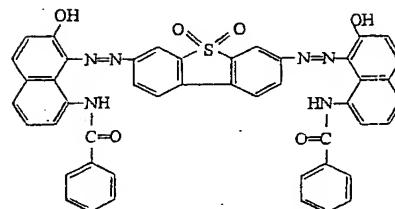




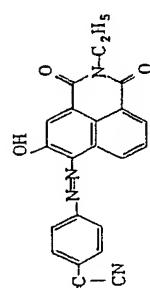
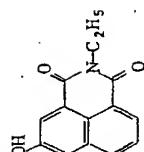
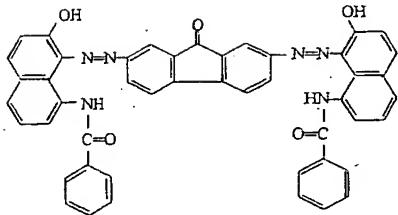
(4)



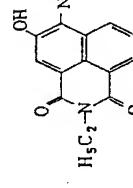
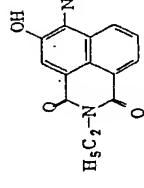
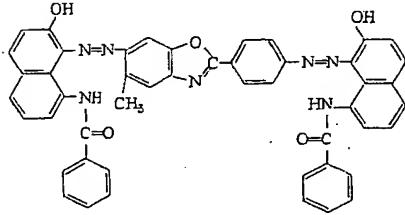
43



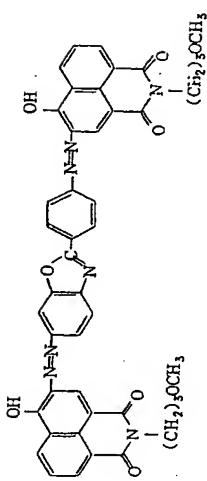
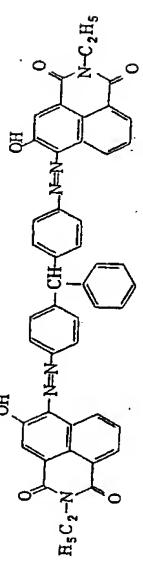
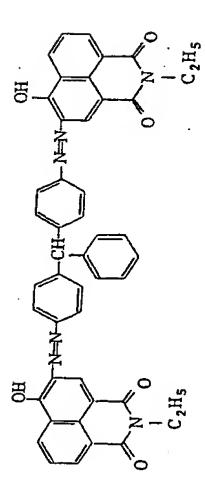
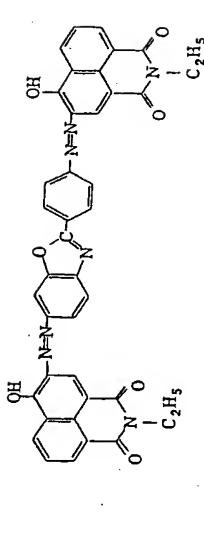
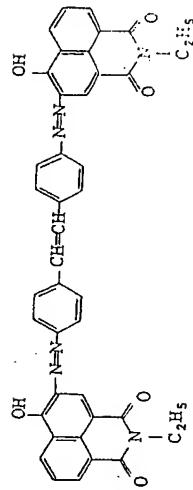
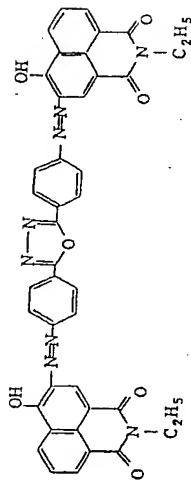
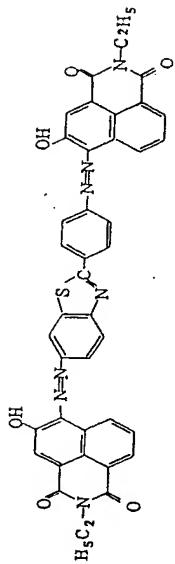
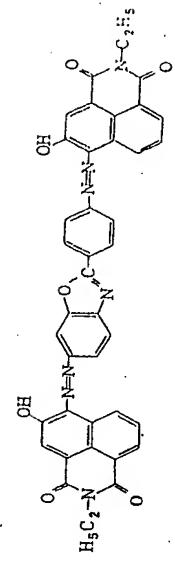
(14)



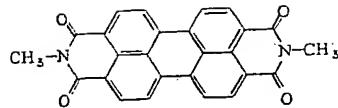
۶۵



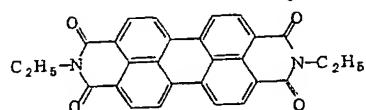
三



(65)



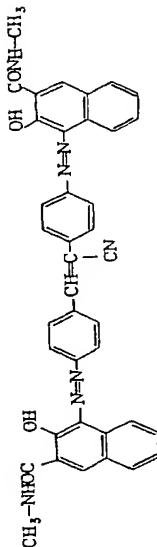
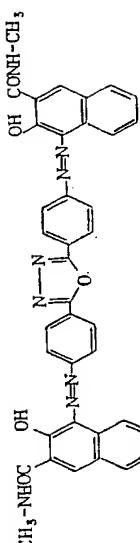
(66)



65 スクエアリック酸メチル染料

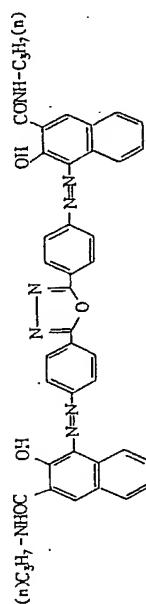
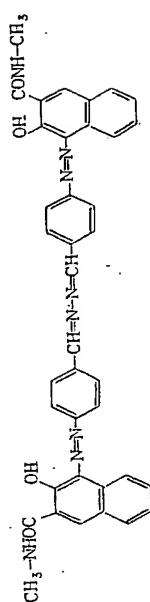
66 インジゴ染料 (C.I. #78000)

67 テオインジゴ染料 (C.I. #78800)

68 β -型銅フタロシアン

68

69



70

71

電荷発生層は、前述の電荷発生物質を適当な接着剤に分散させ、これを基体の上に塗工することによって形成でき、また真空蒸着装置により蒸着膜を形成することによって得ることができる。電荷発生層を塗工によって形成する際に用いうる接着剤としては広範な絶縁性樹脂から選択でき、またポリ-N-ビニルカルバゾール、ポリビニルアントラセンやポリビニルビレンなどの有機光導電性ポリマーから選択できる。好ましくは、ポリビニルブチラール、ポリアリレート(ビスフェノールAとフタル酸の縮合体など)、ポリカーボネート、ポリエステル、フェノキシ樹脂、ポリ酢酸ビニル、アクリル樹脂、ポリアクリルアミド樹脂、ポリアミド、ポリビニルビリジン、セルロース系樹脂、ウレタン樹脂、エポキシ樹脂、カゼイン、ポリビニルアルコール、ポリビニルビロリドンなどの絶縁性樹脂を擇ることができる。電荷発生層中に含有する樹脂は、80重量%以下、好ましくは40重量%以下が適している。塗工の際に用いる有機溶剤としては、メタノール、エタノール

イソブロボノールなどのアルコール類、アセトン、メクルエカルケトン、シクロヘキサンなどのケトン類、N,N-ジメチルホルムアミド、N,N-ジメチルアセトアミドなどのアミド類、ジメチルスルホキシドなどのスルホキシド類、テトラヒドロフラン、ジオキサン、エチレンクリコールモノメチルエーテルなどのエーテル類、酢酸メチル、酢酸エチルなどのエステル類、クロロホルム、塩化メチレン、ジクロルエチレン、四塩化炭素、トリクロルエチレンなどの脂肪族ハロゲン化炭化水素類あるいはベンゼン、トルエン、キシレン、リグロイン、セノクロルベンゼン、ジクロルベンゼンなどの芳香族類などを用いることができる。

施工は、溶液コーティング法、スプレーコーティング法、スピナーニーコーティング法、ビードコーティング法、マイヤーパーコーティング法、フレードコーティング法、ローラーコーティング法、カーテンコーティング法などのコーティング法を用いて行なうことができる。

電荷発生層は、十分な吸光度を得るために、で

きる限り多くの前記有機光導電体を含有し、且つ発生した電荷キャリアの行程を短くするために、導電層、例えば5ミクロン以下、好ましくは0.01ミクロン～1ミクロンの膜厚をもつ導電層とすることが好ましい。このことは、入射光量の大部分が電荷発生層で吸収されて、多くの電荷キャリアを生成すること、さらに発生した電荷キャリアを再結合や捕獲(トラップ)により失活することなく電荷輸送層に注入する必要があることに帰因している。

この様な電荷発生層と電荷輸送層の積層構造からなる感光層は、導電層を有する基体の上に設けられる。導電層を有する基体としては、基体自体が導電性をもつもの、例えばアルミニウム、アルミニウム合金、銅、亜鉛、ステンレス、バナジウム、モリブデン、クロム、チタン、ニッケル、インジウム、金や白金などを用いることができ、その他にアルミニウム、アルミニウム合金、酸化インジウム、酸化錫、酸化インジウム-酸化錫合金などを真空蒸着法によって被膜形成された層を有

するプラスチック(例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、ポリエチレンテレフタレート、アクリル樹脂、ポリフィッ化エチレンなど)、導電性粒子(例えば、カーボンブラック、銀粒子など)を適当なバインダーとともにプラスチックの上に被覆した基体、導電性粒子をプラスチックや紙に含浸した接着体や導電性ポリマーを有するプラスチックなどを用いることができる。

導電層と感光層の中間に、バリアー機能と接着機能をもつ下引層を設けることもできる。下引層は、カゼイン、ポリビニルアルコール、ニトロセルロース、エチレン-アクリル酸コポリマー、ポリアミド(ナイロン6、ナイロン66、ナイロン610、共重合ナイロン、アルコキシメチル化ナイロンなど)、ポリウレタン、ゼラチン、酸化アルミニウムなどによって形成できる。

下引層の膜厚は、0.1ミクロン～5ミクロン、好ましくは0.5ミクロン～3ミクロンが適当である。

導電層、電荷発生層、電荷輸送層の間に積層し

た感光体を使用する場合において、

化合物は正孔輸送性であるので、電荷輸送層表面を負に帯電する必要があり、導電表面光すると露光部では電荷発生層において生成した正孔が電荷輸送層に注入され、その接表面に逆して負電荷を中和し、表面電位の減衰が生じ未露光部との間に静電コントラストが生じる。現像時には電子輸送物質を用いた場合とは逆に正電荷性トナーを用いる必要がある。

本説明の別の具体例では、前述のジヌアゾ顔料あるいは、米国特許第3554745号、同第3567438号、同第3586500号公報などに開示のビリリウム染料、チアビリリウム染料、セレナビリリウム染料、ベンゾビリリウム染料、ベンゾチアビリリウム染料、ナフトビリリウム染料、ナフトチアビリリウム染料などの光導電性を有する顔料や染料を増感剤としても用いることができる。

また、別の具体例では、米国特許第3684502号公報などに開示のビリリウム染料とアルキリデンジアリーレン部分を有する電気絕縁高分子との

共晶錯体を増感剤として用いることもできる。この共晶錯体は、例えば4-[4-ビス-(2-クロロエチル)アミノフェニル]-2,6-ジフェニルチアピリリウムバーコロレートとボリ(4,4'-イソブロビリデンジフェニレンカーボネート)をハロゲン化炭化水素系溶剤(例えば、ジクロルメタン、クロロホルム、四塩化炭素、1,1-ジクロルエタン、1,2-ジクロルエタン、1,1,2-トリクロルエタン、クロルベンゼン、プロモベンゼン、1,2-ジクロルベンゼン)に溶解した後、これに非極性溶剤(例えば、ヘキサン、オクタン、デカン、2,2,4-トリメチルベンゼン、リグロイン)を加えることによって粒子状共晶錯体として得られる。この具体例における電子写真感光体には、ステレン-ブタジエンコポリマー、シリコン樹脂、ビニル樹脂、塩化ビニリデン-アクリロニトリルコポリマー、ステレン-アクリロニトリルコポリマー、ビニルアセテート-塩化ビニルコポリマー、ポリビニルブチラール、ポリメチルメタクリレート、ポリ-N-ブチルメタクリレート、ポリエス

塗工液を開発した。この塗工液をアルミニウムシート上に乾燥膜厚が0.5ミクロンとなる様にマイヤーバーで塗布して低荷発生層を作成した。

次に、電荷輸送化合物として前記例示化合物H-
-(1)を7gとポリカーボネート樹脂(帝人化成供
製の商品名「パンライトK-1300」)7gとを
テトラヒドロフラン35gとクロロベンゼン35
gの混合浴媒中に攪拌浴解させて得た溶液を元の
電荷発生層の上に、マイヤーバーで乾燥膜厚が
11ミクロンとなる様に塗工して、2層構造から
なる感光層をもつ電子写真感光体を作成した。

この様にして作成した電子写真感光体を川口山機械製造試験装置 Model-SP-428 を用いてスタッカ方式で -5 kV でコロナ帯電し、暗所で 1 秒間保持した後、照度 5 lux で露光し帶電特性を調べた。

帯電特性としては、表面電位 (V_s) と 1 秒間暗波渡させた時の電位 (V_1) を 1% に渡換するに必要な暗光量 ($E_{\text{暗}}$) を測定した。

さらに、繰り返し使用した時の明部電位と暗部

テル類、セルロースエステル類などを接着剤として含有することができる。

本発明の電子写真感光体は、電子写真複写機に利用するのみならず、レーザープリンター、CRTプリンター、電子写真式製版システムなどの電子写真応用分野にも広く用いることができる。

本発明によれば、高感度の電子写真感光体を与えることができ、また繰り返し蓄電および給光を行なった時の明部電位と暗部電位の変動が小さく、しかもフォトメモリー性を有効に改善できる利点を有している。

以下、本発明を実施例に従って説明する。

实施例 1

東洋インキ製造錫製のβ型銅フタロシアニブ
(商品名Lionel Blue NCB Toner)を水、エタノールおよびベンゼン中で順次現流後、蒸過して精製した顔料7g; デュポン社製の「商品名:ボリエステルアドヒーシブ49.000(圓形分20%)」
14g; トルエン35g; ジオキサン35gを混合し、ボールミルで6時間分散することによって

電極の変動を測定するために、本実施例で作成した感光体を-5.6 kVのコロナ帯電器、露光量10 lux.secの露光学系、現像器、転写帶電器、除電露光学系およびクリーナーを備えた電子等英寸複写機のシリンダーに貼り付けた。この複写紙は、シリンダーの駆動に伴い、転写紙上に画像が得られる構成になっている。この複写紙を用いて、初期の明部電位(V_L)と暗部電位(V_D)および5000回使用した後の明部電位(V_L')と暗部電位(V_D')を測定した。この結果を次に示す。

V_o : -590 ボルト

V₁ : - 5 8 0 ボルト

E½ : 5.0 lux.sec

初 期 5000回耐久

$V_p = -635$ ボルト $V_L = -80$ ボルト $V_D = -630$ ボルト

V_L : -90 ボルト

实施例 2~14

この各実施例においては、前記実施例 1 に用いた電荷輸送化合物として例示化合物 H - (1) の代りに例示化合物 H - (2), H - (3), H - (4), H - (5),

H-(6), H-(7), H-(8), H-(9), H-00, H-01, H-02, H-03, 又はH-04を用いたほかは、実施例1と同様の方法によって電子写真感光体を作成した。

各感光体の電子写真特性を実施例1と同様の方法によって測定した。その結果を次の表1, 表2に示す。

実施例	例示化合物	$E_{1/2}$ (lux.sec)	V_D (-ボルト)	V_L (-ボルト)
2	H-(2)	5.3	-5.95	-5.90
3	H-(3)	5.2	-5.75	-5.70
4	H-(4)	4.8	-6.60	-5.50
5	H-(5)	4.9	-5.80	-5.75
6	H-(6)	4.3	-5.60	-5.50
7	H-(7)	3.9	-5.65	-5.60
8	H-(8)	3.8	-5.70	-5.60
9	H-(9)	5.0	-5.75	-5.65
10	H-04	5.1	-5.90	-5.80
11	H-01	4.6	-5.90	-5.80
12	H-03	4.6	-5.65	-5.55
13	H-03	3.9	-5.95	-5.85
14	H-04	3.9	-5.85	-5.75

表 2

実施例	初期		5000回耐久後	
	V_D (-ボルト)	V_L (-ボルト)	V_D (-ボルト)	V_L (-ボルト)
2	-6.50	-7.5	-6.40	-8.0
3	-6.55	-6.0	-6.45	-7.0
4	-6.45	-5.0	-6.40	-6.5
5	-6.50	-5.5	-6.45	-6.0
6	-6.50	-9.0	-6.40	-10.0
7	-6.55	-9.5	-6.45	-10.0
8	-6.45	-8.0	-6.35	-8.5
9	-6.35	-8.0	-6.30	-9.0
10	-6.50	-7.0	-6.45	-8.0
11	-6.40	-7.5	-6.30	-8.5
12	-6.40	-5.0	-6.30	-6.5
13	-6.45	-5.5	-6.35	-7.0
14	-6.35	-6.0	-6.25	-7.0

実施例 15

4-(4-ジメチルアミノフェニル)-2,6-ジフェニルチアビリリウムバークロレート3gと前記例示ジヒドロニコチンアミド化合物(H-04)を5gをポリエステル(ポリエステルアドヒーシブ49000:デュポン社製)のトルエン(50)-ジオキサン(50)浴液100mlに混合し、ポールミルで6時間分散した。この分散液を乾燥後の膜厚が1.5ミクロンとなる様にマイヤーパーでアルミニウムシート上に塗布した。

この様にして作成した感光体の電子写真特性を実施例1と同様の方法で測定した。この結果を次に示す。

$$V_D : -5.80 \text{ ボルト}$$

$$V_L : -5.75 \text{ ボルト}$$

$$E_{1/2} : 5.3 \text{ lux.sec}$$

初期

$$V_D : -6.65 \text{ ボルト}$$

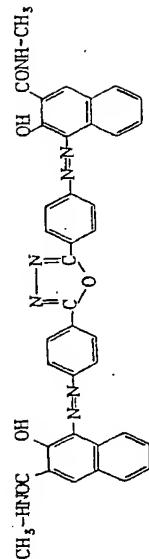
$$V_L : -7.5 \text{ ボルト}$$

5000回耐久後 $V_D : - 6.55$ ボルト $V_L : - 8.5$ ボルト

実施例 1 6

アルミ板上にカゼインのアンモニア水溶液（カゼイン 1.2 g、2.8% アンモニア水 1 g、水 22.2 ml）をマイヤーバーで塗布乾燥し、膜厚が 1 ミクロンの接着層を形成した。

次に下記構造を有するジスアゾ顔料 5 g と、

5000回耐久後 $V_D : - 6.60$ ボルト $V_L : - 9.5$ ボルト

実施例 1 7

表面が滑滑にされた 0.2 mm 厚のモリブデン板（基板）をグロー放電蒸着槽内の所定位に固定した。次に槽内を排気し、約 5×10^{-6} torr の真空中にした。その後ヒーターの入力電圧を上昇させモリブデン基板温度を 150 ℃に安定させた。その後水素ガスとシランガス（水素ガスに対し 1.5 容量分）を槽内へ導入しガス流量と蒸着槽メインバルブを開閉して 0.5 torr に安定させた。次に誘導コイルに 5 MHz の高周波電力を投入し槽内のコイル内部にグロー放電を発生させ 30 W の入力電力をとした。上記条件で基板上にアモルファスシリコン膜を成長させ膜厚が 2 μ となるまで同条件を保った後グロー放電を中止した。その後加熱ヒーター、高周波電源をオフ状態とし、基板温度が 100 ℃になるのを待ってから水素ガス、シリガスの流出バルブを閉じ、一旦槽内を 10^{-5}

ブチラール樹脂（ブチラール化度 6.3 モル %）2 g をエタノール 9.5 ml に溶かした液と共に分散した後、接着層上に塗工し乾燥後の膜厚が 0.4 ミクロンとなる低荷発生層を形成した。

次に、前記例示のジヒドロニコテンアミド化合物（H-06）を 5 g とポリ-4,4'-ジオキシジフェニル-2,2-ブロバンカーボネート（粘度平均分子量 30000）5 g をジクロルメタン 150 ml に溶かした液を電荷発生層上に塗布、乾燥し、膜厚が 1.1 ミクロンの電荷輸送層を形成することによって電子写真感光体を作成した。

この様にして作成した電子写真感光体の電子写真特性を実施例 1 と同様の方法で測定した。この結果を次に示す。

 $V_o : - 5.80$ ボルト $V_i : - 5.70$ ボルト $E_{\frac{1}{2}} : 4.8 \text{ lux} \cdot \text{sec}$ 初期 $V_D : - 6.70$ ボルト $V_L : - 9.0$ ボルト

1 torr 以下にした高真空圧にもどし基板を取り出した。ついでこのアモルファスシリコン層の上に電荷輸送化合物として例示化合物 H-14 を用いる以外は実施例 1 と全く同様にして電荷輸送層を形成した。

こうして得られた感光体を帶電露光実験装置に載置し、6 kV でコロナ帯電し直ちに光像を照射した。光像はタンクステンランプ光源を用い透過型のテストチャートを通して照射された。その後直ちに電荷導性の現像剤（トナーとキャリヤーを含む）を感光体表面にカスケードすることによって、感光体裏面に良好なトナー画像を得た。

実施例 1-8

H-14 (4-ジメチルアミノフェニル)-2,6-ジフェニルアビリリウムバーコロレート 3 g とポリ(4,4'-イソブロピリデンジフェニレンカーボネート) 3 g をジクロルメタン 200 ml に十分に溶解した後、トルエン 100 ml を加え、共晶錯体を沈殿させた。この沈殿物を汎別した後、ジクロルメタンを加えて再溶解し、次いでこの溶液に

ナ-ヘキサン 100 ml を加えて共晶錯体の沈殿物を得た。

この共晶錯体 5 g をポリビニルブチラール 2 g を含有するメタノール浴液 95 ml に加え、6 時間ポールミルで分散した。この分散液をカゼイン層を有するアルミ板の上に乾燥後の膜厚が 0.4 ミクロンとなる様にマイヤーパーで塗布して電荷発生層を形成した。

次いで、この電荷発生層の上に例示化合物 H-14 を用いる以外は実施例 1 と全く同様にして電荷輸送層の被覆層を形成した。

こうして作成した感光体の電子写真特性を実施例 1 と同様の方法によって測定した。この結果を次に示す。

$$\begin{aligned} V_o &: -575 \text{ ボルト} \\ V_i &: -565 \text{ ボルト} \\ E_{\frac{1}{2}} &: 4.7 \text{ lux. sec} \end{aligned}$$

初期

$$\begin{aligned} V_D &: -660 \text{ ボルト} \\ V_L &: -80 \text{ ボルト} \end{aligned}$$

5000回耐久後

$$\begin{aligned} V_D &: -655 \text{ ボルト} \\ V_L &: -90 \text{ ボルト} \end{aligned}$$

実施例 1-9

実施例 1-8 で用いた共晶錯体と同様のもの 5 g と前記例示のジヒドロニコチンアミド化合物 H-14 5 g をポリエステル（ポリエステルアドヒージブ 49000：デュポン社製）のテトラヒドロフラン液 150 ml に加えて、十分に混合攪拌した。この液をアルミニウムシート上にマイヤーパーにより乾燥後の膜厚が 1.5 μ となる様に塗布した。

この感光体の電子写真特性を実施例 1 と同様の方法で測定した。この結果を次に示す。

$$\begin{aligned} V_o &: -570 \text{ ボルト} \\ V_i &: -560 \text{ ボルト} \\ E_{\frac{1}{2}} &: 4.5 \text{ lux. sec} \end{aligned}$$

初期

$$\begin{aligned} V_D &: -650 \text{ ボルト} \\ V_L &: -85 \text{ ボルト} \end{aligned}$$

5000回耐久後

$$\begin{aligned} V_D &: -640 \text{ ボルト} \\ V_L &: -95 \text{ ボルト} \end{aligned}$$

【発明の効果】

本発明の電子写真感光体によれば、高感度でかつ繰り返し帶電および露光を行なった際の明部電位と暗部電位の変動が少ないなど、実用上の帶電特性に非常に優れており、しかも高耐久性を有するほかに、無機感光体の欠点とされていた耐熱性、耐酸性および光褪色性などについても、自ずと改良がなされているなど、実用の電子写真感光体として極めて優れた特性を有している。このような効果は、電荷発生層及び電荷輸送層とに機能分離された感光層を有する電子写真感光体において、特に顯著であり、前記一般式(I)のジヒドロニコチンアミド化合物を電荷輸送層に用いられる電荷輸送物質として用いることが、本発明の最も効果的な実施態様といふことができる。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)